# This Page Is Inserted by IFW Operations and is not a part of the Official Record

# BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

# IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents will not correct images, please do not report the images to the Image Problem Mailbox.

# Process for the continuous preparation of polyoletin wax

Patent Number:

CH646717

Publication date:

1984-12-14

Inventor(s):

ZERNOV VITALY SERGEEVICH (SU); POTEMKIN NIKOLAI FEDOROVICH (SU); ASHIKHMINA LJUDMILA KONSTANTIN (SU); PERLINA NINA ANTONOVNA (SÚ);

MUKHIN VIKTOR YAKOVLEVICH (SU); MEDVEDEV VLADIMIR DMITRIEVICH (SU)

Applicant(s)::

ZERNOV VITALIJ S (SU); POTEMKIN NIKOLAI FEDOROVICH (SU); ASHIKHMINA LJUDMILA KONSTANTIN (SU); PERLINA NINA ANTONOVNA (SU); MUKHIN VIKTOR

YAKOVLEVICH (SU); MEDVEDEV VLADIMIR DMITRIEVICH (SU)

Requested Patent:

☐ <u>CH646717</u>

Application Number: CH19800000803 19800131 Priority Number(s): CH19800000803 19800131

IPC Classification: C08F8/50 EC Classification: C08F8/50

Equivalents:

# **Abstract**

Polyolefin wax having a molecular weight from 600 to 4500 is prepared continuously. A melt of high-molecular-weight polyethylene having a molecular weight of from 10000 to 200000 or a melt of a mixture of high-pressure polyethylene and polypropylene in the ratio 3:1 is forced through a heated reactor, during which the polymers are degraded in the zones of the homogeneous and heterogeneous states of the reaction medium at temperatures of from 350 DEG C to 500 DEG C and under a pressure of from 0.2 to 0.6 MPa at the reactor outlet. The wax formed and the volatile degradation products are subsequently removed. The heating is carried out in such a manner that a heat load of from 198 to 360 kJ/kg of wax is obtained in the zone of the homogeneous state of the reaction medium and a heat load of from 360 to 720 kJ/kg of wax is obtained in the zone of the heterogeneous state of the reaction medium, the degradation time being from 3.5 to 10 minutes. The polyolefin wax can be used as a lubricant and in the production of inks, paints, lacquers, varnishes, surface coatings, polishing pastes and candles.

Data supplied from the esp@cenet database - 12



# SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT

69 Int. Cl.3: C 08 F

8/50

BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

# 12 PATENTSCHRIFT A5

(11)

646717

② Anmeldungsdatum:	803/80 31.01.1980	(SU) Nikolai Fedorovich Potemkin, Leningrad (SU) Nikolai Fedorovich Potemkin, Leningrad (SU) Ljudmila Konstantinovna Ashikhmina, Leningrad (SU) Nina Antonovna Perlina, Leningrad (SU) Viktor Yakovlevich Mukhin, Leningrad (SU) Vladimir Dmitrievich Medvedev, Leningrad (SU)
② Patent erteilt:	14.12.1984	② Erfinder: Zernov, Vitaly Sergeevich, Leningrad (SU) Potemkin, Nikolai Fedorovich, Leningrad (SU) Ashikhmina, Ljudmila Konstantinovna, Leningrad (SU) Perlina, Nina Antonovna, Leningrad (SU) Mukhin, Viktor Yakovlevich, Leningrad (SU) Medvedev, Vladimir Dmitrievich, Leningrad (SU)
(45) Patentschrift veröffentlicht:	14.12.1984	4 Vertreter: E. Blum & Co., Zürich

# (54) Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung von Polyolefinwachs.

© Polyolefinwachs mit einem Molekulargewicht von 600 bis 4500 wird kontinuierlich hergestellt. Eine Schmelze von hochmolekularem Polyäthylen mit einem Molekulargewicht von 10'000 bis 200'000 oder eine Schmelze aus einem Gemisch von Hochdruckpolyäthylen und Polypropylen im Verhältnis von 3:1 wird durch einen beheizten Reaktor hindurchgepresst, wobei die Polymeren in den Zonen des homo- und heterogenen Zustandes des Reaktionsmediums bei Temperaturen von 350°C bis 500°C und unter einem Druck von 0,2 bis 0,6 MPa am Ausgang des Reaktions abgebaut werden. Anschliessend werden gebildetes Wachs und flüchtige Abbauprodukte entfernt. Die Beheizung wird derart durchgeführt, dass in der Zone des homogenen Zustandes des Reaktionsmediums eine Wärmebelastung von 198 bis 360 KJ/kg Wachs und in der Zone des heterogenen Zustandes des Reaktionsmediums eine Wärmebelastung von 360 bis 720 KJ/kg Wachs erhalten wird, wobei die Abbauzeit 3,5 bis 10 Min. beträgt.

Das Polyolefinwachs kann als Gleitmittel und bei der Herstellung von Tinten, Lacken, Anstrichmitteln, Polierpasten und Kerzen verwendet werden.

#### **PATENTANSPRUCH**

Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung von Polyolefinwachs mit einem Molekulargewicht von 600 bis 4500, wobei man eine Schmelze von hochmolekularem Polyäthylen mit einem Molekulargewicht von 10 000 bis 200 000 oder eine 5 Schmelze aus einem Gemisch von Hochdruckpolyäthylen und Polypropylen im Verhältnis von 3:1 durch einen beheizten Reaktor hindurchpresst, wobei die Polymeren in den Zonen des homo- und heterogenen Zustandes des Reaktionsmediums bei Temperaturen von 350°C bis 500°C und unter einem Druck von 0,2 bis 0,6 MPa am Ausgang des Reaktors abgebaut werden und man anschliessend von gebildetem Wachs und flüchtigen Abbauprodukten entfernt, dadurch gekennzeichnet, dass die Beheizung derart durchgeführt wird, dass in der Zone des homogenen Zustandes des Reaktionsmediums eine Wärmebelastung von 198 bis 360 KJ/kg Wachs und in der Zone des heterogenen Zustandes des Reaktionsmediums eine Wärmebelastung von 360 bis 720 KJ/kg erhalten wird, wobei die Abbauzeit 3,5 bis 10 Min. beträgt.

Die Erfindung bezieht sich auf ein kontinuierliches Verfahren zur Herstellung von Polyolefinwachs mit einem Molekulargewicht von 600 bis 4500.

Dieser Wachs mit dem erwähnten Molekulargewicht kann bei der Kunststoffverarbeitung als äusseres und inneres Gleitmittel sowie in der Gummiindustrie als Verarbeitungshilfsmittel, die technologischen Eigenschaften von Kautschuk bei der Vermischung der verschiedenen Kautschuksorten verbessern sowie bei der Herstellung von Tinten, Lacken, Anstrichmitteln, Polierpasten, Kerzen und Bleistiften verwendet werden.

Es ist ein Verfahren (s. «Polyäthylen und andere Polyolefine, Verlag «Mir» 1964, c. 279–282, 354) zur Herstellung von Polyolefinwachsen durch Polymerisation von Äthylen bei hohen Temperaturen und Drücken in Gegenwart von radikalbildenden Initiatoren und Kettenreglern, beispielsweise bei einem Druck von 98,04·10³ Pa und einer Temperatur von 200°C unter Anwendung von Sauerstoff als Initiator und Wasserstoff als Kettenübertragungsmittel bekannt. Bei der Einführung eines entsprechenden Comonomeren in das Reaktionsgemisch ist es möglich, ein Polyolefinwachs mit den variablen Eigenschaften herzustellen.

Es ist auch ein Verfahren (DE-PS 2 257 917 Kl. 39b 4) zur Herstellung von Polyäthylenwachsen durch Polymerisation von Äthylen unter niedrigen Drücken (bis zu 98,07·10³ Pa) in Gegenwart von Ziegler-Katalysatoren und Molekulargewichtsreglern bekannt.

Die genannten Verfahren zur Herstellung von Wachsen durch Polymerisation von Äthylen benötigen die speziellen Betriebszustände, wie z.B. Temperatursenkung und Druckregelung, wobei die Ausrüstungsleistung um das 1,5fache herabgesetzt wird, was seinerseits zur Erhöhung der Wachspreise im Vergleich zu Polyäthylen führt. Ausserdem fordert die Einführung der Kettenübertragungsmittel eine gewisse zusätzliche Ausstattung der Polyäthylenanlagen, wo üblicherweise die Polyolefinwachse hergestellt werden.

In letzter Zeit wird in immer grösserem Mass ein Verfahren zum thermischen Abbau hochmolekularer Polyolefine, z.B. von Polyäthylen mit einem Molekulargewicht von 10 000 bis 200 000 eingesetzt, wodurch eine Verwendung von sortenechten, sortenunechten und regenerierten Polyolefinprodukten als Wachsrohstoffe ermöglicht wird.

Nach dem genannten Verfahren wird eine hochmolekulare Polyäthylenschmelze durch ein Metallrohr mit einem geringen Querschnitt gepresst, das bis auf eine Temperatur von 350 bis 600°C erhitzt ist. Das Aufheizen des Rohres erfolgt entweder durch Heizkörper oder mit Rauch-(verbrennungs-)gasen.

Gemäss der technischen Lösung und der erzielten Wirkung ist das Verfahren (FR-PS 2 056 681 Kl. CO8 f 27/00) zur kontinuierlichen Herstellung des Wachses aus hochmolekularem Polyäthylen, durch welches ein festes Polyäthylen mit einem Molekulargewicht von 80 000 bis 200 000 innerhalb von 1 bis 6 Minuten geschmolzen und die Schmelze bei 350 bis 500°C durch ein erhitztes Rohr hindurchgepresst wird, dem erfindungsgemässen Verfahren am naheliegendsten. Dabei wird der thermische Abbau des Polyäthylens in den Zonen des homogenen und heterogenen Zustandes des Reaktionsmets diums verwirklicht.

Je nach Temperatur und erwünschtem Molekulargewicht des Wachses kann der thermische Abbau von 10 bis 120 Minuten dauern; der Polyäthylendruck in dem erhitzten Rohr beträgt dabei 98,07-1961,4·10³ Pa. Das erhaltene Produkt wird innerhalb von 3 bis 5 Minuten bis auf die Temperatur von 250°C abgekühlt und die Wachsschmelze zur weiteren Verarbeitung und Anwendung entfernt.

Das beschriebene Verfahren wird durch die beträchtliche Dauer des Abbauprozesses gekennzeichnet, was eine niedrize gere Leistung der Vorrichtung sowie eine Verschlechterung der Qualität des Wachses zur Folge hat. So hat beispielsweise das nach dem bekannten Verfahren hergestellte Wachs mit einem Molekulargewicht von 3000 einen grauen Farbton, der Tropfpunkt liegt nicht oberhalb von 110°C und die Penetrationshärte beträgt weniger als 2,10-1 Min.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, durch Änderung in der Wärmeführung die Dauer des Abbaus von Polyolefinen unter gleichzeitiger Verbesserung der physikalischmechanischen Eigenschaften des gewünschten Polyolefinwachses herabzusetzen.

Das erfindungsgemässe Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung von Polyolefinwachs mit einem Molekulargewicht von 600 bis 4500, wobei man eine Schmelze von hochmolekularem Polyäthylen mit einem Molekulargewicht von 10 000 bis 200 000 oder eine Schmelze aus einem Gemisch von Hochdruckpolyäthylen und Polypropylen im Verhältnis von 3:1 durch einen beheizten Reaktor hindurchpresst, wobei die Polymeren in den Zonen des homo- und heterogenen Zustandes des Reaktionsmediums bei Temperaturen von 45 350°C bis 500°C und unter einem Druck von 0,2 bis 0,6 am Ausgang des Reaktors abgebaut werden und man anschliessend von gebildetem Wachs und flüchtigen Abbauprodukten entfernt, ist dadurch gekennzeichnet, dass die Beheizung

- derart durchgeführt wird, dass in der Zone des homogenen 50 Zustandes des Reaktionsmediums eine Wärmebelastung von 198 bis 360 KJ/kg Wachs und in der Zone des heterogenen Zustandes des Reaktionsmediums eine Wärmebelastung von 360 bis 720 KJ/kg Wachs erhalten wird, wobei die Abbauzeit 3.5 bis 10 Min. beträgt.
- Gemäss den Ergebnissen aus den vorliegenden Erfahrungen wird die Erwärmung von Polyolefinen bis auf eine Temperatur über 350°C durch die Abscheidung von flüchtigen Produkten begleitet, deren Menge durch die Abbaubedingungen (Temperatur, Haltezeit bei dieser Temperatur
- sowie Molekulargewicht des Ausgangspolyäthylens)
  bestimmt wird. Das von den gasförmigen Produkten eingenommene Volumen hängt aber von der Temperatur, dem
  Druck und der Löslichkeit der Gase im Polyolefin ab. Die
  Änderung des Drucks am Austritt des Reaktionsgemisches
   aus dem Reaktor sowie der hydrodynamischen Betriebsfüh-
- rung bietet die Möglichkeit, die Löslichkeit der flüchtigen Produkte im Polyolefin und folglich auch den Phasenzustand des Reaktionsmediums zu regeln. Bei der Untersuchung des

Phasengleichgewichtes wurde festgestellt, dass bei der Aufrechterhaltung des Drucks am Ausgang des Reaktors auf einer Höhe von 196,14 bis 588,42 · 103 Pa der Abbau von Polyolefin in zwei Zonen verläuft in der Zone des homogenen Abbaus von Polyolefinen, wo die flüchtigen Abbauprodukte vollständig im Polyolefin gelöst sind, und in der Zone des heterogenen Abbaus unter Bildung eines Zweiphasensystems aus den gesättigten Lösungen von flüchtigen Produkten im niedermolekularen Polyolefin und vom niedermolekularen Polyolefin in den flüchtigen Produkten. Dabei ent- 10 spezifische Wärmebelastung in der Zone des heterogenen spricht die Phasengrenze zwischen den homo- und heterogenen Abbauzonen, je nach dem Druck am Ausgang des Reaktors und der hydrodynamischen Betriebsführung, einer Temperatur von 375 bis 385°C und einem Druck von 392,28 bis 980,7 · 103 Pa.

Durch die Zuführung zu den homo- und heterogenen Abbauzonen von Polyolefinen von ungleichen Mengen an Wärme, nämlich 198 bis 360 KJ/kg Wachs zu der homogenen Zone und 360 bis 720 KJ/kg Wachs zu der heterogenen 10 Minuten zu kürzen, und die Verkürzung der Verweilzeit von Polyolefinen in der Hochtemperaturzone führte daher zu einer Verbesserung des Farbtons, des Tropfpunktes und der Härte des Wachses. Das Molekulargewicht der erfindungsgemäss hergestellten Polyäthylenwachse beträgt 600 bis 4500.

Eine bevorzugte Ausführungsform des erfindungsgemässen Verfahrens wird folgendermassen durchgeführt:

Das Granulatgemisch aus sortenechten und sortenunechten Polyäthylenen sowie regenerierten Polyäthylenen bzw. entsprechende Gemische mit Polypropylen werden in einen Extruder eingetragen, wo die Plastizierung und die Erwärmung bis auf eine Temperatur von 230 bis 250°C erfolgt. Die gebildete Schmelze wird mittels einer Extruderschnecke in den Reaktor gegeben, der ein beheiztes Metallrohr ist. Als Heizelement werden einstellbare elektrische Heizkörper verwendet. Unter dem Wärmeeinfluss werden die hochmolekularen Polyolefine unter Bildung eines Wachses und eines Gemisches aus den flüchtigen Kohlenwasserstoffen abgebaut. Das Molekulargewicht des Wachses wird durch die Verweilzeit in der Hochtemperaturzone und durch die Wärmebelastung bestimmt. Das gebildete Gemisch aus Wachs und flüchtigen Kohlenwasserstoffen geht durch ein Ventil in einen Kühler, wo es bis auf eine Temperatur von ca. 250°C abgekühlt wird. Aus dem Kühler geht das Gemisch von selbst in einen beheizten Behälter, in dem bei einer Temperatur von 200 bis 250°C infolge eines Dichtegefälles die Abtrennung des Wachses von den flüchtigen Produkten erfolgt. Die Wachsschmelze wird aus den Behältern zur Konfektionierung und Analyse geleitet. Bei der Analyse des Wachses bestimmt man ein Zahlenmittel-Molekulargewicht (Lichtstreuung), einen Farbton (visuell), eine Penetrationshärte (100 g-Belastung, Haltezeit 5 s, Temperatur 25°C) sowie den Tropfpunkt nach Ubbelohde.

Das erfindungsgemässe Verfahren ermöglicht es also, die Verweilzeit des Polymeren in der Hochtemperaturzone wesentlich herabzusetzen, was seinerseits die Lösung der Aufgabe des Bereitstellens von Hochleistungsverfahren erlaubt. Das Fehlen von besonderen Anforderungen an die Rohstoffe lässt die Verwendung von sortenunechten und regenerierten Polyäthylenen und Polypropylenen zu und bietet dadurch die Möglichkeit, die Abfallprodukte aus der Polyolefinenproduktion zu verwerten.

Die Verkürzung der Verweilzeit des Polymeren in der Hochtemperaturzone ermöglicht die Herstellung eines Produktes von hoher Qualität.

In den folgenden Beispielen sind bevorzugte Ausführungsformen des erfindungsgemässen Verfahrens beschrieben.

#### Beispiel I

Die Polyäthylenschmelze mit einem Molekulargewicht von 20 000 wird bei der Temperatur von 230 bis 250°C mit Hilfe eines Extruders einem Reaktor kontinuierlich zugeführt, der s ein Metallrohr darstellt, wo sie sich bis auf eine Temperatur von 450°C erwärmt.

Die Aufheizung des Rohres erfolgt mittels eines elektrischen Heizkörpers, die spezifische Wärmebelastung in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 360 KJ/kg Wachs, die Abbaus beträgt 648 KJ/kg Wachs und der Druck am Rohrausgang beträgt 196,14·10³ Pa. Die gesamte Verweilzeit des Polyäthylens in der Abbauzone beträgt 4 Min. Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyäthylenwachs und den 15 flüchtigen Produkten vorliegen, werden in einem Kühler bis auf eine Temperatur von 250°C abgekühlt, das Polyäthylenwachs wird von den flüchtigen Produkten abgetrennt und die Wachsschmelze zur Anwendung und Analyse entfernt. Man erhält ein Produkt mit einem Molekulargewicht von 1200, Zone, erwies es sich als möglich, die Abbauzeit bis auf 3,5 bis 20 das sich durch den hellen Farbton, die Penetrationshärte von 10,10-1 mm und den Tropfpunkt von 95°C auszeichnet.

# Beispiel 2

Die Polyäthylenschmelze mit einem Molekulargewicht von 25 200 000 wird bei einer Temperatur von 230 bis 250°C mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo sie sich bis auf eine Temperatur von 450°C erwärmt.

Die Aufheizung des Rohres erfolgt durch einen elektri-30 schen Heizkörper, die spezifische Wärmebelastung in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 360 KJ/kg Wachs und die spezifische Wärmebelastung in der Zone des heterogenen Abbaus beträgt 648 KJ/kg Wachs. Der Druck am Rohrausgang ist 196,14.103 Pa. Die gesamte Verweilzeit des Polyäthy-35 lens in der Abbauzone beträgt 4 Min. Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyäthylenwachs und den flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in einem Kühler bis auf eine Temperatur von 250°C abgekühlt, das Polyäthylenwachs wird von den flüchtigen Produkten abgetrennt und die 40 Wachsschmelze zur Anwendung und Analyse entfernt. Man erhält ein Produkt mit einem Molekulargewicht von 1300, es ist weiss, besitzt einen Tropfpunkt von 96°C und die Penetrationshärte beträgt 9,10-1 mm.

## Beispiel 3

(Kontrollbeispiel)

Eine Polyäthylenschmelze mit einem Molekulargewicht von mehr als 200 000 wird bei einer Temperatur von 230 bis 250°C mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metall-50 rohr gegeben, wo sie bis auf eine Temperatur von 450°C erwärmt wird. Die Aufheizung des Rohres erfolgt durch einen elektrischen Heizkörper, die spezifische Wärmebelastung in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 360 KJ/kg Wachs und die spezifische Wärmebelastung in der Zone des 55 heterogenen Abbaus beträgt 648 KJ/kg Wachs. Wegen der sprunghaften Drucksteigerung am Reaktoreingang wurde der Versuch abgestellt.

Somit erweist sich die Anwendung des Rohpolyäthylens mit einem Molekulargewicht von mehr als 200 000 als 60 unmöglich infolge der hohen Viskosität des Produktes, die eine Steigerung des Druckgefälles im Reaktor bedingt.

### Beispiel 4

Die Polyäthylenschmelze mit einem Molekulargewicht von 65 100 000 wird bei einer Temperatur von 230 bis 250°C mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo sie sich bis auf eine Temperatur von 450°C erwärmt.

Die Aufheizung des Rohres erfolgt durch einen elektrischen Heizkörper, die spezifische Wärmebelastung in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 360 KJ/kg Wachs und die spezifische Wärmebelastung in der Zone des heterogenen Abbaus beträgt 648 KJ/kg Wachs. Der Druck am Rohrausgang beträgt 196,14·10³ Pa. Die gesamte Verweilzeit des Polyäthylens in der Abbauzone beträgt 4 Min. Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyäthylenwachs und flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in einem Kühler bis auf eine Temperatur von 250°C abgekühlt, das Polyäthylenwachs wird von den flüchtigen Produkten abgetrennt und die Wachsschmelze zur Anwendung und Analyse entfernt. Man erhält ein Produkt mit einem Molekulargewicht von 1250, das weiss ist, eine Penetrationshärte von 10,10-1 mm und einen Tropfpunkt von 95°C besitzt.

#### Beispiel 5

Die Polyäthylenschmelze mit einem Molekulargewicht von 50 000 wird bei einer Temperatur von 230 bis 250°C mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo 20 Abbaus von weniger als 198 KJ/kg Wachs kein Produkt sie sich bis auf eine Temperatur von 450°C erwärmt. Die Aufheizung des Rohres erfolgt durch einen elektrischen Heizkörper, die spezifische Wärmebelastung in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 360 KJ/kg Wachs, die spezibeträgt 648 KJ/kg Wachs und der Druck am Rohrausgang beträgt 196,14 · 103 Pa. Die gesamte Verweilzeit des Polyäthylens in der Abbauzone beträgt 4 Min. Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyäthylenwachs und flüchtigen Produkten vorliegen, werden in einem Kühler bis auf eine Temperatur von 250°C abgekühlt, das Polyäthylenwachs wird von den flüchtigen Produkten abgetrennt und man entfernt die Wachsschmelze. Man erhält ein Produkt mit einem Molekulargewicht von 1250, das weiss ist, eine Penetrationshärte von 10,10-1 mm und einen Tropfpunkt von 95°C aufweist.

# Beispiel 6

Die Polyäthylenschmelze mit einem Molekulargewicht von 10 000 wird bei einer Temperatur von 230 bis 250°C mit Hilfe 40 eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo sie sich bis auf eine Temperatur von 450°C erwärmt. Die Aufheizung des Rohres erfolgt durch einen elektrischen Heizkörper, die spezifische Wärmebelastung in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 360 KJ/kg Wachs und die spezi- 45 fische Wärmebelastung in der Zone des heterogenen Abbaus beträgt 648 KJ/kg Wachs. Der Druck am Rohrausgang beträgt 196,14·10³ Pa. Die gesamte Verweilzeit des Polyäthylens in der Abbauzone beträgt 4 Min. Die Abbauprodukte. die als ein Gemisch aus Polyäthylenwachs und flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in einem Kühler bis auf eine Temperatur von 250°C abgekühlt, das Polyäthylenwachs wird von den flüchtigen Produkten abgetrennt und man entfernt die Wachsschmelze.

Man erhält ein Produkt mit einem Molekulargewicht von 1250, es ist weiss, hat eine Penetrationshärte von 10,10-1 mm und einen Tropfpunkt von 95°C.

Wie aus den Beispielen 2 bis 6 hervorgeht, beeinflusst die Änderung des Molekulargewichts des Ausgangspolyäthylens von 10 000 bis 200 000 praktisch die Eigenschaften des erhaltenen Polyäthylenwachses nicht, jedoch die Anwendung eines Polyäthylens mit einem Molekulargewicht von mehr als 200 000 als Rohstoff führt zu einem überhöhten hydraulischen Widerstand im Reaktor und unterbricht das Verfahren.

# Beispiel 7

(Kontrollbeispiel)

Die Polyäthylenschmelze mit einem Molekulargewicht von

20 000 wird bei einer Temperatur von 230 bis 250°C mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo sie sich bis auf eine Temperatur von 450°C erwärmt. Die Aufheizung des Rohres erfolgt durch einen elektrischen Heizs körper, die spezifische Wärmebelastung in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 198 KJ/kg Wachs und die spezifische Wärmebelastung in der Zone des heterogenen Abbaus ist 648 KJ/kg Wachs. Der Druck am Rohrausgang beträgt 196,14 · 103 Pa. Die gesamte Verweilzeit des Polyäthylens in 10 der Abbauzone beträgt 4 Min. Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyäthylenwachs und flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in einem Kühler bis auf eine Temperatur von 250°C abgekühlt, das Polyäthylenwachs wird von den flüchtigen Produkten abgetrennt und die Wachsschmelze 15 wird entfernt.

Man erhält ein Produkt mit einem Molekulargewicht von 4500, es ist weiss-graustichig, besitzt die Penetrationshärte von 1,10<sup>-1</sup> mm sowie einen Tropfpunkt von 115°C.

4

So lässt die Wärmebelastung in der Zone des homogenen mehr von hoher Qualität erhalten.

# Beispiel 8

Die Polyäthylenschmelze mit einem Molekulargewicht von fische Wärmebelastung in der Zone des heterogenen Abbaus 25 20 000 wird bei einer Temperatur von 230 bis 250°C mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo sie sich bis auf eine Temperatur von 450°C erwärmt.

Die Aufheizung des Rohres erfolgt durch einen elektrischen Heizkörper. Die spezifische Wärmebelastung in der 30 Zone des homogenen Abbaus beträgt 270 KJ/kg Wachs und die spezifische Wärmebelastung in der Zone des heterogenen Abbaus beträgt 648 KJ/kg Wachs. Der Druck am Rohrausgang beträgt 196,14·10³ Pa. Die gesamte Verweilzeit des Polyäthylens in der Abbauzone ist 4 Min. Die Abbaupro-35 dukte, die als ein Gemisch aus Polyäthylenwachs und flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in einem Kühler bis auf eine Temperatur von 250°C abgekühlt, das Polyäthylenwachs wird von den flüchtigen Produkten abgetrennt und man entfernt die Wachsschmelze.

Man erhält ein Produkt mit einem Molekulargewicht von 3000, es ist weiss und hat eine Penetrationshärte von 1,5·10<sup>-1</sup> mm und einen Tropfpunkt von 113°C.

# Beispiel 9

Die Polyäthylenschmelze mit einem Molekulargewicht von 20 000 wird bei einer Temperatur von 230 bis 250°C mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo sie sich bis auf eine Temperatur von 450°C erwärmt. Die Aufheizung des Rohres erfolgt durch einen elektrischen Heiz-50 körper. Die spezifische Wärmebelastung in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 324 KJ/kg Wachs und die spezifische Wärmebelastung in der Zone des heterogenen Abbaus beträgt 648 KJ/kg Wachs. Der Druck am Rohrausgang beträgt 196,14·10<sup>3</sup> Pa. Die gesamte Verweilzeit des Polyäthy-55 lens in der Abbauzone beträgt 4 Min. Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyäthylenwachs und flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in einem Kühler bis auf die Temperatur von 250°C abgekühlt, das Polyäthylenwachs wird von den flüchtigen Produkten abgetrennt und die 60 Wachsschmelze wird entfernt.

Man erhält ein Produkt mit einem Molekulargewicht von 1500, es ist weiss und hat eine Penetrationshärte von 7,10<sup>-1</sup> mm und einen Tropfpunkt von 99°C.

# Beispiel 10

Die Polyäthylenschmelze mit einem Molekulargewicht von 20 000 wird bei einer Temperatur von 230 bis 250°C mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo

646717 5

sie sich bis auf eine Temperatur von 450°C erwärmt. Die Aufheizung des Rohres erfolgt durch einen elektrischen Heizkörper. Die spezifische Wärmebelastung in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 360 KJ/kg Wachs und die spezifische Wärmebelastung in der Zone des heterogenen Abbaus beträgt 648 KJ/kg Wachs. Der Druck am Rohrausgang beträgt 196,14·10<sup>3</sup> Pa. Die gesamte Verweilzeit des Polyäthylens in der Abbauzone beträgt 4 Min.

Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyäthylenwachs und flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in einem Kühler bis auf eine Temperatur von 250°C gekühlt, das Polyäthylenwachs wird von den flüchtigen Produkten abgetrennt und die Wachsschmelze entfernt.

Man erhält ein Produkt mit einem Molekulargewicht von 1250, es ist weiss und hat eine Penetrationshärte von 10,10-1 mm und einen Tropfpunkt von 95°C.

# Beispiel 11

(Kontrollbeispiel)

Die Polyäthylenschmelze mit einem Molekulargewicht von 20 000 wird bei einer Temperatur von 230 bis 250°C mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo sie sich bis auf eine Temperatur von 450°C erwärmt. Die körper. Die spezifische Wärmebelastung in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 432 KJ/kg Wachs und die spezifische Wärmebelastung in der Zone des heterogenen Abbaus beträgt 648 KJ/kg Wachs. Der Druck am Rohrausgang beträgt 196,14·10³ Pa. Die gesamte Verweilzeit des Polyäthy- 30 7,10-1 mm und einen Tropfpunkt von 99°C. lens in der Abbauzone beträgt 4 Min.

Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyäthylenwachs und flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in einem Kühler bis auf die Temperatur von 250°C abgekühlt, das Polyäthylenwachs wird von den flüchtigen Produkten abgetrennt und die Wachsschmelze entfernt. Man erhält ein Produkt mit einem Molekulargewicht von 1250, es ist weissgraustichig und hat eine Penetrationshärte von 10,10-1 mm und einen Tropfpunkt von 95°C.

So kann man bei der Überschreitung der Wärmebelastung in der Zone des homogenen Abbaus über 360 KJ/kg Wachs kein Produkt von hoher Qualität erhalten.

Die Beispiele 7 bis 11 zeigen die Änderung der Eigenschaften von Polyäthylenwachsen, je nach der Wärmebelastung in der Zone des homogenen Abbaus. Die Wärmebelastung von weniger als 198 KJ/kg Wachs führt zur Verschlechterung des Wachsfarbtones und zur Steigerung der Wachsviskosität, was wiederum beträchtliche Druckgefälle der Rohrlänge entlang verursacht. Die Steigerung der Wärmebelastung bis auf 432 KJ/kg Wachs und höher führt auch zur Ver- 50 1250, es ist weiss und hat eine Penetrationshärte von schlechterung des Farbtones infolge der Polyäthylenverkohlung an den Rohrwänden.

# Beispiel 12

(Kontrollbeispiel)

Die Polyäthylenschmelze mit einem Molekulargewicht von 20 000 wird bei einer Temperatur von 230 bis 250°C mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo sie sich bis auf eine Temperatur von 450°C erwärmt. Die körper. Die spezifische Wärmebelastung in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 360 KJ/kg Wachs und die spezifische Wärmebelastung in der Zone des heterogenen Abbaus beträgt 360 KJ/kg Wachs. Der Druck am Rohrausgang beträgt 196,14·10<sup>3</sup> Pa. Die gesamte Verweilzeit des Polyäthy- 65 lens in der Abbauzone ist 4 Min. Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyäthylenwachs und flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in einem Kühler bis auf eine Tempe-

ratur von 250°C gekühlt, das Polyäthylenwachs wird von den flüchtigen Produkten abgetrennt und man entfernt die Wachsschmelze.

Man erhält ein Produkt mit einem Molekulargewicht von 5 3000, es ist weiss-graustichig und hat eine Penetrationshärte von 2.10-1 mm und einen Tropfpunkt von 111°C.

So lässt die Herabsetzung der Wärmebelastung in der Zone des heterogenen Abbaus bis und unter 360 KJ/kg Wachs kein Produkt von hoher Qualität erhalten.

# Beispiel 13

Die Polyäthylenschmelze mit einem Molekulargewicht von 20 000 wird bei einer Temperatur von 230 bis 250°C mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo 15 sie sich bis auf eine Temperatur von 450°C erwärmt. Die Aufheizung des Rohres erfolgt durch einen elektrischen Heizkörper. Die spezifische Wärmebelastung in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 360 KJ/kg Wachs und die spezifische Wärmebelastung in der Zone des heterogenen Abbaus 20 ist 540 KJ/kg Wachs. Der Druck am Rohrausgang beträgt 196,14.103 Pa. Die gesamte Verweilzeit des Polyäthylens in der Abbauzone ist 4 Min. Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyäthylenwachs und flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in einem Kühler bis auf eine Tempe-Aufheizung des Rohres erfolgt durch einen elektrischen Heiz- 25 ratur von 250°C abgekühlt, das Polyäthylenwachs wird von den flüchtigen Produkten abgetrennt und die Wachsschmelze entfernt.

Man erhält ein Produkt mit einem Molekulargewicht von 1500, es ist weiss und besitzt eine Penetrationshärte von

#### Beispiel 14

Die Polyäthylenschmelze mit einem Molekulargewicht von 20 000 wird bei einer Temperatur von 230 bis 250°C mit Hilfe 35 eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo sie sich bis auf die Temperatur von 450°C erwärmt. Die Aufheizung des Rohres erfolgt durch einen elektrischen Heizkörper. Die spezifische Wärmebelastung in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 360 KJ/kg Wachs und die spezi-40 fische Wärmebelastung in der Zone des heterogenen Abbaus ist 648 KJ/kg Wachs. Der Druck am Rohrausgang beträgt 196,14 · 103 Pa. Die gesamte Verweilzeit in der Abbauzone ist 4 Min.

Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyäthylen-45 wachs und flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in einem Kühler bis auf eine Temperatur von 250°C abgekühlt, das Polyäthylenwachs wird von den flüchtigen Produkten abgetrennt und die Wachsschmelze entfernt.

Man erhält ein Produkt mit einem Molekulargewicht von 10,10-1 mm und einen Tropfpunkt von 96°C.

# Beispiel 15

Die Polyäthylenschmelze mit einem Molekulargewicht von 55 20 000 wird bei einer Temperatur von 230 bis 250°C mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo sie sich bis auf eine Temperatur von 450°C erwärmt. Die Aufheizung des Rohres erfolgt durch einen elektrischen Heizkörper. Die spezifische Wärmebelastung in der Zone des Aufheizung des Rohres erfolgt durch einen elektrischen Heiz- o homogenen Abbaus beträgt 360 KJ/kg Wachs und die spezifische Wärmebelastung in der Zone des heterogenen Abbaus beträgt 720 KJ/kg Wachs. Der Druck am Rohrausgang beträgt 196,14·103 Pa. Die gesamte Verweilzeit in der Abbauzone ist 4 Min.

Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyäthylenwachs und flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in einem Kühler bis auf eine Temperatur von 250°C abgekühlt, das Polyäthylenwachs wird von den flüchtigen Produkten

abgetrennt und die Wachsschmelze entfernt.

Man erhält ein Produkt mit einem Molekulargewicht von 1200, es ist weiss und hat eine Penetrationshärte von 11,10-1 und einen Tropfpunkt von 94°C.

Beispiele 12-15 zeigen die Änderung der Eigenschaften, abhängig von der Höhe der Wärmebelastung in der Zone des heterogenen Abbaus. Die Herabsetzung der Wärmebelastung bis und unter 360 KJ/kg Wachs führt zur Verschlechterung der Penetrationshärte (z.B. für das Polyäthylenwachs mit einem Molekulargewicht von 3000 – bis und über 2,10<sup>-1</sup> statt 1,5.10-1 wie im Beispiel 8), zur Herabsetzung des Tropfpunktes bis und unter 111°C statt 113 (s. Beispiele 12 und 8).

#### Beispiel 16

20 000 wird bei einer Temperatur von 230 bis 250°C mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo sie sich bis auf 350°C erwärmt. Die Aufheizung des Rohres erfolgt durch einen elektrischen Heizkörper. Die spezifische Wärmebelastung in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 20 das Polyäthylenwachs wird von den flüchtigen Produkten 360 KJ/kg Wachs und die spezifische Wärmebelastung in der Zone des heterogenen Abbaus ist 648 KJ/kg Wachs. Der Druck am Rohrausgang beträgt 196,14·10<sup>3</sup> Pa. Die gesamte Verweilzeit in der Abbauzone 4 Min.

Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyäthylen- 25 wachs und flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in einem Kühler bis auf eine Temperatur von 250°C gekühlt, das Polyäthylenwachs wird von den flüchtigen Produkten abgetrennt und die Polyäthylenschmelze entfernt.

Man erhält ein Produkt mit einem Molekulargewicht von 4500, es ist weiss und hat eine Penetrationshärte von 1,10-1 mm und einen Tropfpunkt von 115°C.

# Beispiel 17

20 000 wird bei einer Temperatur von 230 bis 250°C mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo sie sich bis auf 400°C erwärmt. Die Aufheizung des Rohres erfolgt durch einen elektrischen Heizkörper. Die spezifische Wämebelastung in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 360 KJ/kg Wachs und die spezifische Wärmebelastung in der Zone des heterogenen Abbaus beträgt 648 KJ/kg Wachs. Der Druck am Rohrausgang beträgt 196,14·103 Pa. Die gesamte Verweilzeit in der Abbauzone ist 4 Min.

Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyäthylenwachs und flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in einem Kühler bis auf eine Temperatur von 250°C abgekühlt, das Polyäthylenwachs wird von den flüchtigen Produkten abgetrennt und die Wachsschmelze entfernt.

Man erhält ein Produkt mit einem Molekulargewicht von 2100, es ist weiss und hat eine Penetrationshärte von 2,10-1 mm und einen Tropfpunkt von 110°C.

# Beispiel 18

20 000 wird bei einer Temperatur von 230 bis 250°C mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo sie sich bis auf 450°C erwärmt. Die Aufheizung des Rohres erfolgt durch einen elektrischen Heizkörper. Die spezifische 360 KJ/kg Wachs und die spezifische Wärmebelastung in der Zone des heterogenen Abbaus ist 648 KJ/kg Wachs. Der Druck am Rohrausgang beträgt 196,14·10<sup>3</sup> Pa. Die gesamte Verweilzeit in der Abbauzone ist 4 Min.

Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyäthylenwachs und flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in einem Kühler bis auf eine Temperatur von 250°C abgekühlt, das Polyäthylenwachs wird von den flüchtigen Produkten

abgetrennt und die Wachsschmelze entfernt.

Man erhält ein Produkt mit einem Molekulargewicht von 1250, es ist weiss und hat eine Penetrationshärte von 10,10-1 mm und einen Tropfpunkt von 96°C.

### Beispiel 19

Die Polyäthylenschmelze mit einem Molekulargewicht von 20 000 wird bei einer Temperatur von 230 bis 250°C mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo 10 sie sich bis auf 500°C erwärmt. Die Aufheizung des Rohres erfolgt durch einen elektrischen Heizkörper. Die spezifische Wärmebelastung in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 360 KJ/kg Wachs und die spezifische Wärmebelastung in der Zone des heterogenen Abbaus ist 648 KJ/kg Wachs. Der Die Polyäthylenschmelze mit einem Molekulargewicht von 15 Druck am Rohrausgang beträgt 196,14·10³ Pa. Die gesamte Verweilzeit in der Abbauzone ist 4 Min.

Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyäthylenwachs und flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in einem Kühler bis auf eine Temperatur von 250°C abgekühlt, abgetrennt und die Wachsschmelze entfernt.

Man erhält ein Produkt mit einem Molekulargewicht von 750, es ist weiss und hat eine Penetrationshärte von 20,10<sup>-1</sup> mm und einen Tropfpunkt von 90°C.

Beispiele 16 bis 19 zeigen die Änderung der Eigenschaften, abhängig von der Abbautemperatur. Bei Temperaturen unterhalb von 350°C erhält man Wachse mit hoher Schmelzviskosität, was beträchtliche Druckgefälle im Reaktor verursacht; eine Durchführung des Verfahrens bei Temperaturen 30 von mehr als 500°C verschlechtert den Farbton des Produktes.

#### Beispiel 20

Die Polyäthylenschmelze mit einem Molekulargewicht von Die Polyäthylenschmelze mit einem Molekulargewicht von 35 20 000 wird bei einer Temperatur von 230 bis 250°C mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo sie sich bis auf 450°C erwärmt. Die Aufheizung des Rohres erfolgt durch einen elektrischen Heizkörper. Die spezifische Wärmebelastung in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 40 360 KJ/kg Wachs und die spezifische Wärmebelastung in der Zone des heterogenen Abbaus ist 648 KJ/kg Wachs. Der Druck am Rohrausgang beträgt 196,14 · 103 Pa. Die gesamte Verweilzeit in der Abbauzone ist 3,5 Min.

Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyäthy-45 lenwachs und flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in einem Kühler bis auf eine Temperatur von 250°C abgekühlt, das Polyäthylenwachs wird von den flüchtigen Produkten abgetrennt und die Wachsschmelze entfernt.

Man erhält ein Produkt mit einem Molekulargewicht von 50 1500, es ist weiss und hat eine Penetrationshärte von 7,10<sup>-1</sup> mm und einen Tropfpunkt von 99°C.

# Beispiel 21

Die Polyäthylenschmelze mit einem Molekulargewicht von Die Polyäthylenschmelze mit einem Molekulargewicht von ss 20 000 wird bei einer Temperatur von 230 bis 250°C mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo sie sich bis auf 450°C erwärmt. Die Aufheizung des Rohres erfolgt durch einen elektrischen Heizkörper. Die spezifische Wärmebelastung in der Zone des homogenen Abbaus beträgt Wärmebelastung in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 60 360 KJ/kg Wachs und die spezifische Wärmebelastung in der Zone des heterogenen Abbaus ist 648 KJ/kg Wachs. Der Druck am Rohrausgang beträgt 196,14·10<sup>3</sup> Pa. Die gesamte Verweilzeit in der Abbauzone ist 4 Min.

Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyäthylen-65 wachs und flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in einem Kühler bis auf eine Temperatur von 250°C abgekühlt, das Polyäthylenwachs wird von den flüchtigen Produkten abgetrennt und die Wachsschmelze entfernt.

Man erhält ein Produkt mit einem Molekulargewicht von 1250, es ist weiss und hat eine Penetrationshärte von 10,10<sup>-1</sup> mm und einen Tropfpunkt von 95°C.

# Beispiel 22

Die Polyäthylenschmelze mit einem Molekulargewicht von 20 000 wird bei einer Temperatur von 230 bis 250°C mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo sie sich bis auf 450°C erwärmt. Die Aufheizung des Rohres erfolgt durch einen elektrischen Heizkörper. Die spezifische Wärmebelastung in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 360 KJ/kg Wachs und die spezifische Wärmebelastung in der Zone des heterogenen Abbaus ist 648 KJ/kg Wachs. Der Druck am Rohrausgang beträgt 196,14·10³ Pa. Die gesamte Verweilzeit in der Abbauzone ist 10 Min.

Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyäthylenwachs und flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in einem Kühler bis auf eine Temperatur von 250°C abgekühlt, das Polyäthylenwachs wird von den flüchtigen Abbauprodukten abgetrennt und die Wachsschmelze entfernt.

Beispiele 20 bis 22 zeigen die Änderung der Wachseigenschaften abhängig von der Wärmeabbaudauer, die ihrerseits durch die Anwendung der entsprechenden Wärmebelastungen nach den Zonen bestimmt wird. Wie aus diesen Beispielen hervorgeht, erhält man niederviskose und folglich energieaufwendigere Polyäthylenwachstypen mit einem Molekulargewicht von 600 nach dem erfindungsgemässen Verfahren mit der Verweilzeit von nicht mehr als 10 Minuten.

## Beispiel 23

Eine Schmelze aus Polyäthylen mit einem Molekulargewicht von 20 000 und Polypropylen mit einem Molekulargewicht von 800 000, gemischt im Verhältnis 9:1, wird mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo sie sich bis auf eine Temperatur von 450°C erwärmt. Die spezifische Wärmebelastung in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 360 KJ/kg Wachs und die spezifische Wärmebelastung in der Zone des heterogenen Abbaus ist 648 KJ/kg Wachs. Der Druck am Rohrausgang beträgt 40 196,14·10³ Pa. Die gesamte Verweilzeit des Reaktionsgemisches im Reaktor ist 4 Min.

Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyolefinwachs und flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in einem Kühler bis auf eine Temperatur von 250°C abgekühlt, das Polyolefinwachs wird von den flüchtigen Produkten abgetrennt und die Wachsschmelze wird entfernt, analysiert und kann verwendet werden.

Man erhält ein Produkt mit einem Molekulargewicht von 2000, es ist gelbstichig und hat eine Penetrationshärte von 5,10-1 mm und einen Tropfpunkt von 120°C.

# Beispiel 24

Eine Schmelze aus Polyäthylen mit einem Molekulargewicht von 20 000 und Polypropylen mit einem Molekulargewicht von 800 000, gemischt im Verhältnis 3:1, wird mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo sie sich bis auf eine Temperatur von 450°C erwärmt. Die spezifische Wärmebelastung in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 360 KJ/kg Wachs und die spezifische Wärmebelastung in der Zone des heterogenen Abbaus ist 648 KJ/kg Wachs, der Druck am Rohrausgang beträgt

196,14.103 Pa. Die gesamte Verweilzeit des Polyolefingemisches im Reaktor ist 3,5 Min.

Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyolefinwachs und flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in s einem Kühler bis auf eine Temperatur von 250°C abgekühlt, das Polyolefinwachs wird von den flüchtigen Produkten abgetrennt und die Wachsschmelze zur Verwendung und Analyse entfernt.

Man erhält ein Produkt mit einem Molekulargewicht von 3000, es ist gelbstichig und hat eine Penetrationshärte von 3,10-1 mm und einen Tropfpunkt von 140°C.

# Beispiel 25

#### (Kontrollbeispiel)

Eine Schmelze aus Polyäthylen mit einem Molekulargewicht von 20 000 und Polypropylen mit einem Molekulargewicht von 800 000, gemischt im Verhältnis 1:1, wird mit Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo sie sich bis auf eine Temperatur von 430 bis 450°C erwärmt.

Die spezifische Wärmebelastung in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 360 KJ/kg Wachs und die spezifische Wärmebelastung in der Zone des heterogenen Abbaus ist 648 KJ/kg Wachs, der Druck am Rohrausgang beträgt 196,14·10³ Pa. Die gesamte Verweilzeit des Gemisches im Reaktor ist 4 Min.

Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyolefinwachs und flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in einem Kühler bis auf eine Temperatur von 250°C abgekühlt, das Polyolefinwachs wird von den flüchtigen Produkten abgetrennt und die Wachsschmelze zur Analyse entfernt.

Man erhält ein Produkt von gelblichem Farbton, das durch die breite Zerstreuung von chemisch-physikalischen Eigenschaften gekennzeichnet ist, was auf das Vorhandensein von Resten des Ziegler-Katalysators im Polypropylen zurückzuführen ist, wobei diese Reste den Radikalabbauprozess beeinflussen.

So erhält man bei einem Mengenverhältnis von Polyäthylen zu Polypropylen unterhalb von 3 kein Produkt von hoher Qualität.

# Beispiel 26

Eine Schmelze aus Polyäthylen mit einem Molekulargewicht von 20 000 und Polypropylen mit einem Molekulargewicht von 1 500 000, gemischt im Verhältnis 3:1, wird mit 45 Hilfe eines Extruders kontinuierlich in ein Metallrohr gegeben, wo sie sich bis auf eine Temperatur von 450°C erwärmt. Die spezifische Wärmebelastung in der Zone des homogenen Abbaus beträgt 360 KJ/kg Wachs und die spezifische Wärmebelastung in der Zone des heterogenen Abbaus 50 ist 648 KJ/kg Wachs, der Druck am Rohrausgang beträgt 196,14·10³ Pa. Die gesamte Verweilzeit des Gemisches im Reaktor ist 3,5 Min.

Die Abbauprodukte, die als ein Gemisch aus Polyolefinwachs und flüchtigen Produkten vorhanden sind, werden in 55 einem Kühler bis auf eine Temperatur von 250°C abgekühlt, das Polyolefinwachs wird von den flüchtigen Produkten abgetrennt und die Wachsschmelze zur Verwendung und Analyse entfernt.

Man erhält ein Produkt von gelblichem Farbton mit einem 60 Molekulargewicht von 3000, das durch eine Penetrationshärte von 3,10-1 mm und einem Tropfpunkt von 140°C gekennzeichnet ist.